

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-038853

(43)Date of publication of application : 13.02.1996

(51)Int.Cl. B01D 53/70
 B01D 19/00
 B01D 53/34
 B01D 53/77
 // B01D 61/08
 B01D 61/28

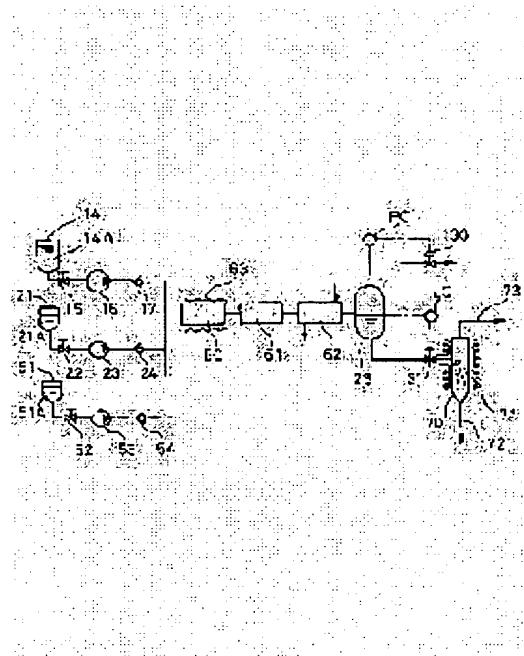
(21)Application number : 06-175832 (71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 27.07.1994 (72)Inventor : YAMAMOTO SEIICHI
 KANDA TAKESHI
 AOKATA TAKU

(54) METHOD AND APPARATUS FOR TREATING HALOGEN-CONTAINING WASTE**(57)Abstract:**

PURPOSE: To decompose halogen-containing waste in the presence of high temp. and high pressure water to make the waste harmless while recovering a salt as a solid.

CONSTITUTION: Hydrogen chloride formed by hydrolysis and oxidative decomposition in a high pressure reaction container 16 is neutralized by an alkali aq. soln. 51A and the neutralized fluid is cooled by a cooler 6 to be sent to a gas-liquid separator 28 and a liquid phase having a salt dissolved therein is sent to a flash tank 70 to recover the salt as a solid.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 21.09.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-38853

(43) 公開日 平成8年(1996)2月13日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B01D 53/70				
19/00	101			
53/34	ZAB			
53/77				
// B01D 61/08		9538-4D		

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-175832

(22) 出願日 平成6年(1994)7月27日

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 山本 誠一

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号

株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 神田 剛

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号

株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72) 発明者 青方 卓

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号

株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

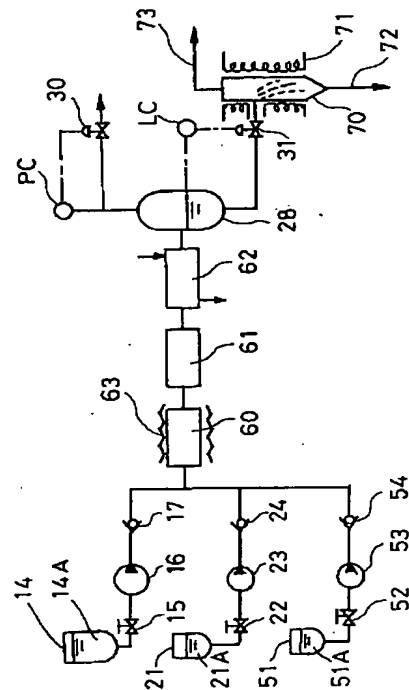
(74) 代理人 弁理士 安田 敏雄

(54) 【発明の名称】 含ハロゲン廃棄物の処理方法及び処理装置

(57) 【要約】

【目的】 高温高压水の存在下で含ハロゲン廃棄物の分解無害化処理を行い、塩は固体として回収する。

【構成】 高压反応容器61内で加水分解、酸化分解によって生成するハロゲン化水素はアルカリ水溶液51Aによって中和され、中和流体は冷却器62で冷却してから気液分離器28に送り、塩を溶解した液相はフラッシュタンク70に送って、塩は固体として回収する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 予熱器、高压反応器、冷却器、気液分離器を備え、前記高压反応器内において高温高压水の存在下で含ハロゲン廃棄物を水との加水分解反応および／または酸素含有流体による酸化分解反応により分解する処理方法において、

前記分解によって生成するハロゲン化水素を前記反応と同時にしくは反応後にアルカリ水溶液によって中和し、該中和流体を冷却器に導入して冷却してから気液分離器で気相と液相とに分離した後、塩の溶解した該液相をフラッシュタンクに導入して水分を蒸発させて塩を固体として回収することを特徴とする含ハロゲン廃棄物の処理方法。

【請求項 2】 前記気液分離後の液相を、塩濃度を高くした液相と塩濃度を低くした液相とに分離し、該塩濃度を低くした液相は予熱器または高压反応器に循環供給して再使用し、一方、塩濃度を高くした液相はフラッシュタンクに導入して水分を蒸発させて塩を固体として回収することを特徴とする請求項 1 に記載の処理方法。

【請求項 3】 予熱器または高压反応器に供給する水を、フラッシュタンクで塩を分離した後の水蒸気と熱交換して加熱することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の処理方法。

【請求項 4】 熱交換によって凝縮した水を予熱器または高压反応器に循環供給して再使用することを特徴とする請求項 3 に記載の処理方法。

【請求項 5】 予熱器、高压反応器、冷却器、気液分離器を備え、前記高压反応器内において高温高压水の存在下で含ハロゲン廃棄物を水との加水分解反応および／または酸素含有流体による酸化分解反応により分解する処理装置において、

含ハロゲン廃棄物を高压反応容器へ供給する第 1 供給手段と、加水分解反応をするための水および／または酸化分解反応をするための酸素含有流体を高压反応容器に供給する第 2 供給手段と、アルカリ水溶液を高压反応容器に供給する第 3 供給手段と、前記アルカリ水溶液によって中和した中和流体を前記高压反応容器から流出する経路に冷却器と気液分離器を備え、該気液分離器で気相と液相とに分離され、塩の溶解した液相の水分を蒸発させて塩を固体として回収するためのフラッシュタンクを備えていることを特徴とする含ハロゲン廃棄物の処理装置。

【請求項 6】 気液分離器とフラッシュタンクとの間に、気液分離した液相を塩濃度を高くした液相と塩濃度を低くした液相とに分離するための透析装置または逆浸透膜装置を備えていることを特徴とする請求項 5 に記載の処理装置。

【請求項 7】 予熱器または高压反応容器に供給する水を、フラッシュタンクで塩を分離した水蒸気と熱交換して加熱する熱交換器を備えていることを特徴とする請求

項 5 に記載の処理装置。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【産業上の利用分野】 本発明は、環境に有害な含ハロゲン廃棄物を高温高压下の水中で分解処理を行うに好適な処理方法及び処理装置に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】 代表的な含ハロゲン化合物であるフロン分解技術として、燃焼・熱分解法、プラズマ分解法、触媒分解法、試薬分解法、超臨界水分解法が知られている（参考文献として、例えば、水野光一、公害と対策、Vol. 28, No. 8, 752-758 (1990)）。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】 代表的な含ハロゲン化合物であるフロンの分解技術として、上記の各種方法が知られてはいるが、いずれの技術とも問題点を内在しており、完成された技術ではない。超臨界水によるフロン分解法（特開平 2-274269 号公報参照）に関しても、基本的な考え方はともかくとして、分解処理のフローや後処理についての方法および装置に関しては開示されているとはいえないのが実状である。

【 0 0 0 4 】 本発明は、上記の問題点に鑑み、含ハロゲン廃棄物の分解処理に際して、とりわけ分解に伴って生成する塩の回収に配慮した処理方法および処理装置を提供しようとするものである。

【 0 0 0 5 】

【課題を解決するための手段】 本発明は、予熱器、高压反応器、冷却器、気液分離器を備え、前記高压反応器内において高温高压水の存在下で含ハロゲン廃棄物を水との加水分解反応および／または酸素含有流体による酸化分解反応により分解する処理方法において、前述の目的を達成するために次の技術的手段を講じている。

【 0 0 0 6 】 すなわち、請求項 1 に係る処理方法は、前記分解によって生成するハロゲン化水素を前記反応と同時にしくは反応後にアルカリ水溶液によって中和し、該中和流体を冷却器に導入して冷却してから気液分離器で気相と液相とに分離した後、塩の溶解した該液相をフラッシュタンクに導入して水分を蒸発させて塩を固体として回収することを特徴とするものである。

【 0 0 0 7 】 請求項 2 に係る処理方法は、前記気液分離後の液相を、塩濃度を高くした液相と塩濃度を低くした液相とに分離し、該塩濃度を低くした液相は予熱器または高压反応器に循環供給して再使用し、一方、塩濃度を高くした液相はフラッシュタンクに導入して水分を蒸発させて塩を固体として回収することを特徴とするものである。

【 0 0 0 8 】 請求項 3 に係る処理方法は、予熱器または高压反応器に供給する水を、フラッシュタンクで塩を分離した後の水蒸気と熱交換して加熱することを特徴とする

るものである。請求項 4 に係る処理方法は、熱交換によって凝縮した水を予熱器または高圧反応器に循環供給して再使用することを特徴とするものである。

【0009】更に、本発明は、予熱器、高圧反応器、冷却器、気液分離器を備え、前記高圧反応器内において高温高圧水の存在下で含ハロゲン廃棄物を水との加水分解反応および／または酸素含有流体による酸化分解反応により分解する処理装置において、前述の目的を達成するために次の技術的手段を講じている。すなわち、請求項 5 に係る処理装置は、含ハロゲン廃棄物を高圧反応容器へ供給する第 1 供給手段と、加水分解反応をするための水および／または酸化分解反応をするための酸素含有流体を高圧反応容器に供給する第 2 供給手段と、アルカリ水溶液を高圧反応容器に供給する第 3 供給手段と、前記アルカリ水溶液によって中和した中和流体を前記高圧反応容器から流出する経路に冷却器と気液分離器を備え、該気液分離器で気相と液相とに分離され、塩の溶解した液相の水分を蒸発させて塩を固体として回収するためのフラッシュタンクを備えていることを特徴とするものである。

【0010】請求項 6 に係る処理装置は、気液分離器とフラッシュタンクとの間に、気液分離した液相を塩濃度を高くした液相と塩濃度を低くした液相とに分離するための透析装置または逆浸透膜装置を備えていることを特徴とするものである。請求項 7 に係る処理装置は、予熱器または高圧反応容器に供給する水を、フラッシュタンクで塩を分離した水蒸気と熱交換して加熱する熱交換器を備えていることを特徴とするものである。

【0011】

【作用】高圧反応器 6 1 に供給された含ハロゲン廃棄物 2 1 A は高温高圧水の存在下で水 1 4 A との加水分解反応および／または酸素含有流体 5 6 A による酸化分解反応により分解処理される。この分解処理によって生成するハロゲン化水素はアルカリ水溶液によって中和され、この中和流体は冷却器 6 2 に導通されることで冷却されてから気液分離器 2 8 によって気相と液相とに分離される。

【0012】塩の溶解した液相は、大気圧下で 100℃ 以上に加熱されているフラッシュタンク 7 0 に導入され、水分は蒸発されて塩は固体として回収される。

【0013】

【実施例】以下、図を参照して本発明の実施例のいくつかとその作用を説明する。各実施例において共通部分は共通符号で示している。本発明の第 1 実施例を示している図 1 において、タンク 1 4 内の水 1 4 A が閉止弁 1 5 を介して高圧ポンプ 1 6 により加圧され、逆止弁 1 7 を経てヒーター 6 3 で外部から加熱されている予熱器 6 0 に送給される。

【0014】非処理物であるタンク 2 1 内のフロン、ハロン等の含ハロゲン廃棄物 2 1 A も同様にして、閉止弁

2 2 と高圧ポンプ 2 3 と逆止弁 2 4 を経て予熱器 6 0 に送給される。アルカリ水溶液 5 1 A も同様にして、タンク 5 1 から閉止弁 5 2 と高圧ポンプ 5 3 と逆止弁 5 4 を経て予熱器 6 0 に送給される。

【0015】予熱器 6 0 に送給され予熱された前記水と含ハロゲン廃棄物と該アルカリ水溶液は次に高圧反応器 6 1 に送給される。この高圧反応器も必要に応じて外部からあるいは内部の加熱手段で加熱される。ここで含ハロゲン廃棄物は水と加水分解反応を起こし、二酸化炭素とハロゲン化水素に分解される。ハロゲン化水素はアルカリによって中和され、塩と水を生成する。

【0016】なお、含ハロゲン廃棄物および／またはアルカリ水溶液は予熱器を経ずに、直接高圧反応器入口に送給されてもよい。高圧反応器を流出する中和流体は次に冷却器 6 2 に送給して冷却され、さらに気液分離器 2 8 に送給されて、気液に分離される。主として二酸化炭素からなる気相は減圧弁 3 0 を介して排出される。液相は塩を溶解した水相であり、液面制御された減圧弁 3 1 を介して大気圧下、ヒーター 7 1 により 110℃ に加熱されたフラッシュタンク 7 0 に送られる。塩は固体としてフラッシュタンクの底部から経路 7 2 を経て回収され、フラッシュタンク内で気化したスチームは経路 7 3 を経て大気に排出される。

【0017】第 1 実施例の具体例を図 2 に示す。この具体例では予熱器の一部と高圧反応器と冷却器の一部を円筒状の高圧反応容器 1 に備えている。この高圧反応容器は円筒状の高圧反応容器本体 2 の上下開口部にシール部材 5、6 を介して蓋部材（上蓋 3 と下蓋 4）で施蓋することで気密とされている高圧室 1 A を形成している。高圧室 1 A 内で内・外流路 1 1、1 2 を形成する流路形成部材 7 が具体例ではその一端部 7 a が下蓋 4 に固定して備えられ、他端部 7 b は自由端とされて対向する他方の蓋部材である上蓋 3 と協働して軸方向に長い内流路 1 2 と環状とされた外流路 1 1 とを連絡する混合流路 8 を形成している。

【0018】流路形成部材 7 は、インコネル等の耐熱材料によって円筒状に形成している。前記流路形成部材 7 を固定した側の蓋部材、具体例では下蓋 4 には内・外流路 1 1、1 2 の一方、具体例では外流路 1 1 に対して水 1 4 A を加圧供給する供給手段 A が接続されている。具体例では、下蓋 4 に円環状のヘッダ 9 を形成し、このヘッダ 9 と外流路 1 1 とを周方向に等間隔で形成した複数の通孔 1 0 で連通しており、ヘッダ 9 には第 1 管路 1 8 が接続されている。

【0019】さらに、第 1 管路 1 8 には水 1 4 A のためのタンク 1 4 と、閉止弁 1 5、高圧ポンプ 1 6 および逆止弁 1 7 がその順序で直列に配置されており、加熱用のプレヒーター 1 9 が備えられている。一方、上蓋 3 には含ハロゲン廃棄物 2 1 A、アルカリ水溶液 5 1 A、空気、酸素、過酸化水素等の酸素含有流体 5 6 A を加圧供

給可能な供給手段B1、B2、B3が接続されている。

【0020】具体例では、含ハロゲン廃棄物21Aはタンク21、閉止弁22、高圧ポンプ23、および逆止弁24がこの順序で直列に配置され、上蓋3に形成した通孔20を通して高圧反応容器に送給される。アルカリ水溶液51Aはタンク51、閉止弁52、高圧ポンプ53、および逆止弁54がこの順序で直列に配置され、上蓋3に形成した通孔50を通して高圧反応容器に送給される。酸素含有流体56Aはタンク56、閉止弁57、高圧ポンプ58、および逆止弁59がこの順序で直列に配置され、上蓋3に形成した通孔55を通して高圧反応容器に送給される。

【0021】含ハロゲン廃棄物および／または酸素含有流体が気体状である場合には、タンク21および／またはタンク56はポンペ類となり、これからブースターポンプによって一旦アキュムレータに蓄圧し、減圧弁で減圧してから加圧供給する手段とすることもできる。下蓋4には内流路12と連通し、該内流路12を流下する流体混合物（中和流体）の流出孔13が形成しており、該流出孔13には、気液分離手段Cが接続されている。

【0022】具体例では流出孔13に管路28Aを接続し、この管路28Aには冷却器27、気液分離器28が直列に配置され、気液分離器28には第1・2分岐管28B、28Cが接続されていて気体は第1分岐管28Bに備えた減圧弁30から大気放出され、液体は第2分岐管28Cに備えた減圧弁31（液面と連動して開閉制御する開閉弁）を経由して大気圧下、ヒーター71により110℃に加熱されたフラッシュタンク70に送られ、水分は蒸発されて経路73からスチームとして大気放出され、一方塩は固体としてフラッシュタンクの底部から経路72を経て回収される。

【0023】第2実施例を図3に示す。図3において高圧反応容器装置1は、筒状、望ましくは円筒状に形成された容器本体2の上下開口部にシール部材5、6を介して蓋部材（上蓋3と下蓋4）で施蓋することで気密とされている高圧室1Aを形成している。高圧室1A内で内・外流路11、12を形成する流路形成部材7が実施例ではその一端部7aが下蓋4に固定して備えられ、他端部7bは自由端とされて対向する他方の蓋部材である上蓋3と協働して軸方向に長い内流路12と環状とされた外流路11とを連絡する混合流路8を形成している。

【0024】流路形成部材7は、インコネル等の耐熱材料によって円筒状に形成しているが、混合流路8に近い自由端側は、強酸の発生を伴いかつ高温の反応場となるので反応部12Aとしてアルミナ、窒化ケイ素、炭化ケイ素等のセラミックスの溶射若しくはライニング等によってその内面に耐食層（膜を含む）7Aを施着することが望ましい。

【0025】この場合、該耐食層7Aをライナとして着脱自在に構成することは、同部の損傷が激しいことが予

想される故に一層好ましいものとして推奨される。前記流路形成部材7を固定した側の蓋部材、実施例では下蓋4には内・外流路11、12の一方、実施例では外流路11に対して水14Aを加圧供給する供給手段Aが接続されている。

【0026】実施例では、下蓋4に円環状のヘッダ9を形成し、このヘッダ9と外流路11とを周方向に等間隔で形成した複数の通孔10で連通しており、ヘッダ9には第1管路18が接続されている。更に、第1管路18には水14Aのためのタンク14と、閉止弁15、高圧ポンプ16、絞り弁16aおよび逆止弁17がその順序で直列に配置されており、加熱するためのプレヒータ19が備えられている。

【0027】一方、上蓋3には含ハロゲン廃棄物21A、アルカリ水溶液51Aを加圧供給可能な供給手段B1、B2が接続されている。実施例では、含ハロゲン廃棄物21Aはタンク21、閉止弁22、高圧ポンプ23、および逆止弁24がこの順序で直列に配置され、上蓋3に形成した通孔20を通して高圧反応容器に送給される。アルカリ水溶液51Aはタンク51、閉止弁52、高圧ポンプ53、および逆止弁54がこの順序で直列に配置され、上蓋3に形成した通孔50を通して高圧反応容器に送給される。

【0028】含ハロゲン廃棄物が気体状である場合には、タンク21はポンペ類となり、これからブースターポンプによって一旦アキュムレータに蓄圧し、減圧弁で減圧してから加圧供給する手段とすることもできる。下蓋4には内流路12と連通し、該内流路12を流下する流体混合物の流出孔13が形成しており、該流出孔13には、気液分離手段Cが接続されている。

【0029】具体例では流出孔13に管路28Aを接続し、この管路28Aには絞り26、冷却器27、気液分離器28が直列に配置されていて気液分離器28には第1・2分岐管28B、28Cが接続されていて気体は第1分岐管28Bに備えた減圧弁30から大気放出され、液体は第2分岐管28Cに備えた減圧弁31（液面計32と連動して開閉制御する開閉弁）を経由して電気透析装置81に送給される。電気透析装置内において塩の水溶液は塩濃度の高められた水溶液と塩濃度を低くされた水溶液とに分離される。

【0030】塩濃度の高められた水溶液は電気透析装置81の出口から管路84を経て減圧弁82にて大気圧下、ヒーター71により110℃に加熱されたフラッシュタンク70に送られる。塩は固体としてフラッシュタンクの底部から経路72を経て回収される。一方、塩濃度を低くされた水溶液は電気透析装置81のもうひとつの出口から管路85を経て閉止弁83を介して高圧ポンプ86に送られ、ここで加圧された水溶液が逆止弁87を経て再び高圧反応容器1の外流路11に送給され再使用される。

【0031】なお、絞り16aは、高压ポンプ16と86との流量緩和を一定とするためのものであり、また、電気透析装置を逆浸透膜装置に置き換えても同様の処理が可能である。なお、前記高压反応容器装置においては、反応部12Aにおいて生成するガス成分（二酸化炭素を主成分とする）が浮力の点で反応部上部に移動しやすい傾向にあることへの対応として、先の流路形成部材7の自由端内側上方部から、管路34、上蓋3に形成した通孔35（管路34は通孔35に固設され、ライナ7Aを貫通して、反応部12A下端部に開口している）を経て、第2気液分離手段Dに接続されるようになっている。

【0032】実施例では通孔35に第4管路37Aを接続し、この第4管路37Aには冷却器36、気液分離器37が直列に配置されていて、気液分離器37には第1・2分岐管37B、37Cが接続されていて、気体は第1分岐管37Bに備えた減圧弁38で減圧されて閉止弁39から大気放出され、一方前記ガス成分に同伴する流体は第2分岐管37Cに備えた減圧弁40（液面計41と連動して開閉制御する開閉弁）を経由して貯留タンク42に排出されるようになっている。

【0033】第3実施例を図4に示す。フラッシュタンク70内で蒸発したスチームが熱交換器91に送られる。この熱交換器91には水タンク14内の水14Aが閉止弁15、給水ポンプ16'、逆止弁17を経て送給され、フラッシュタンク70から管路73を経て流入するスチームと熱交換を行う。ここで水は加熱されて、さらに高压ポンプ86で加圧され、逆止弁87を経て高压反応容器1の外流路11に送給される。

【0034】第4実施例を図5に示す。フラッシュタンク70内で蒸発したスチームが熱交換器91に送られる。この熱交換器91には水タンク14内の水14Aが閉止弁15、給水ポンプ16'、逆止弁17を経て送給され、フラッシュタンク70から管路73を経て流入するスチームと熱交換を行う。ここで水は加熱されて、逆止弁95を経て高压ポンプ86で加圧され、逆止弁87

を経て高压反応容器1の外流路11に送給される。一方、管路73から流入したスチームは熱交換器91内で凝縮し、温水となって流出する。この温水は、一部または全部を閉止弁92を経て排水するか、あるいは一部または全部を閉止弁93を経て給水ポンプ94、逆止弁96を経由高压ポンプ86で加圧され、逆止弁87を経て、高压反応容器1の外流路11に送給され、再使用される。

【0035】

【発明の効果】以上記述した通り、本発明では高温高压水の存在下において、フロン類を代表例とする含ハロゲン廃棄物の分解無害化処理を行う上で、特に未解決の問題であった分解生成物である塩類の回収方法とそれに伴うエネルギー回収方法に配慮した処理方法および処理装置を提供するものであり、本発明をもって地球環境の破壊物質の低減に著しく寄与するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施例を示す概念図である。

【図2】本発明の第1実施例の具体例を示す概念図である。

【図3】本発明の第2実施例を示す概念図である。

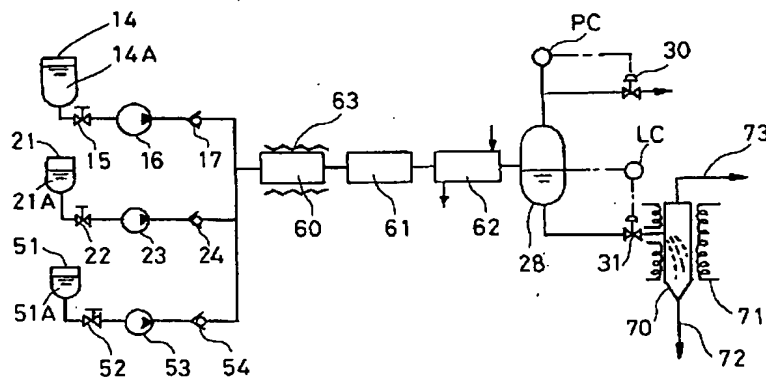
【図4】本発明の第3実施例を示す概念図である。

【図5】本発明の第4実施例を示す概念図である。

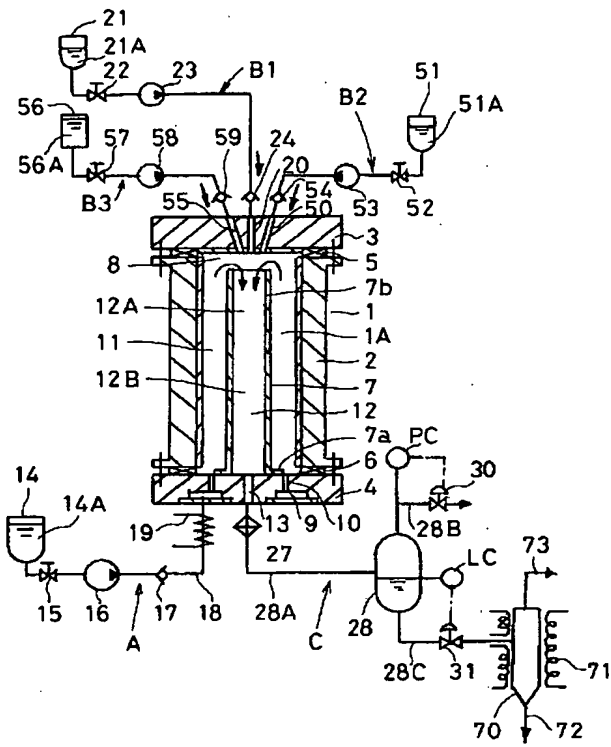
【符号の説明】

- 1 高压反応容器装置
- 14A 水
- 14 水用タンク
- 21A ハロゲン廃棄物
- 21 ハロゲン廃棄物用タンク
- 28 気液分離器
- 51A アルカリ水溶液
- 51 アルカリ水溶液用タンク
- 61 反応器
- 62 冷却器
- 70 フラッシュタンク

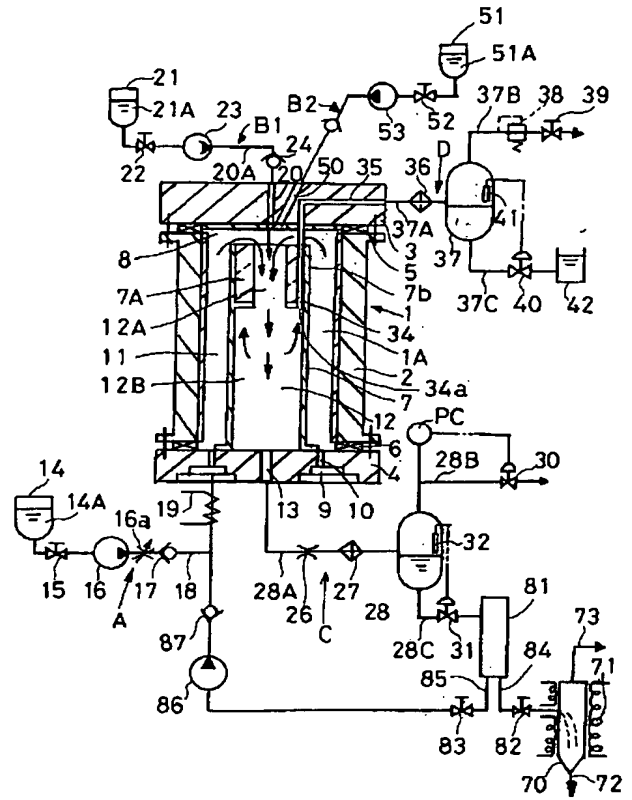
【図1】



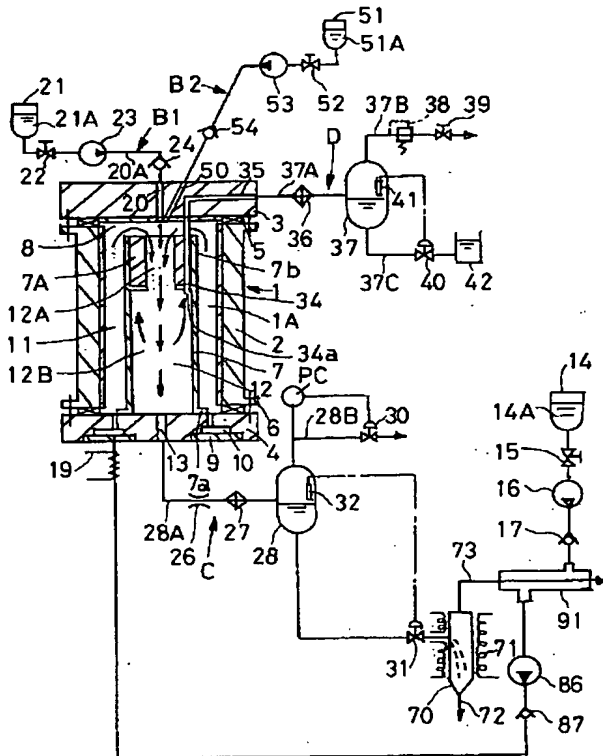
【図 2】



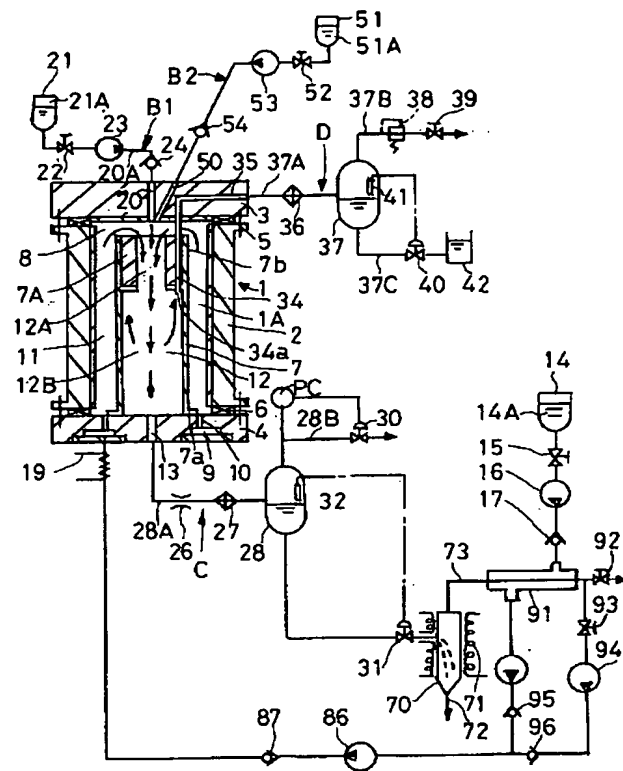
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶
61/28

識別記号

庁内整理番号
9538-4D

F I

技術表示箇所

B01D 53/34

134 E
ZAB
134 F